

F309

マイクロ波加熱固相反応による ITO 粒子の合成に与える
充填率の影響

(広大工) ○ (正) 福井国博* (学) 長尾厚志・佐伯祐太 (正) 山本徹也 (正) 吉田英人

【緒言】

複数種の無機粉末を高温で熱処理する固相反応は 1000 °C 以上で数時間以上の反応時間を必要としており、多量のエネルギーが消費される。これまでに、マイクロ波加熱を利用した固相反応によって迅速化、省エネルギー化を図ってきた。本研究では、マイクロ波加熱による固相反応における原料粉体層の充填率の影響について検討した。

【実験方法】

マイクロ波感受性の高い In_2O_3 と SnO_2 を原料とする固相反応による ITO 合成を反応系に選定した。 In_2O_3 粉末 3.0 g (中位径 4.5 mm) と SnO_2 粉末 0.3 g (中位径 0.5 mm) を混合したものを原料として使用した。

実験装置の概略図を Figs.1, 2 に示す。石英ガラス管製の反応部に原料粉体を充填し、粉体層下部より空気を供給、あるいは上部から圧密することで充填率を調整し、マイクロ波照射を行った。マイクロ波の出力は 750 W で一定とした。

生成粉体から成る粉体層の電気伝導率によって、ITO の生成を評価した。なお、測定時の粉体層の充填率は 0.50 でほぼ一定とした。

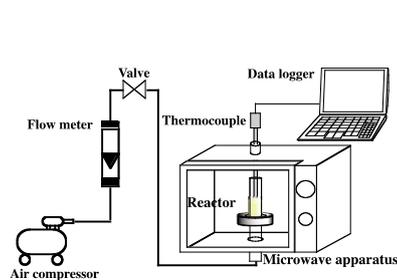


Fig.1 schematic diagram experimental apparatus

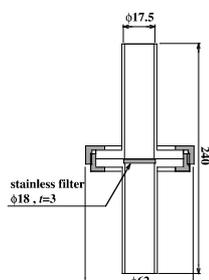


Fig.2 Detail diagram of reactor

【実験結果と考察】

マイクロ波照射時間を 5 分間で一定とし、充填率を変化させてマイクロ波照射を行った。充填率と生成粉体の電気伝導率の関係を Fig.3 に示す。空気を供給せず、圧密によって充填率を増加させた場合、充填率の増加とともに電気伝導率は低下している。一方、空気を供給した場合、電気伝導率は充填率に対して極大値をとり、充填率をさらに低下させると、電気伝導率は低下している。このような挙動を示すのは、マイクロ波を照射した時の粉体層単位体積当たりの発熱量変化に起因すると考えられる。

そこで、2 次元軸対称系で装置内の電界強度及び次回強度のシミュレーションを行い、粉体層の発熱量を算出

した。なお、発熱量は粉体層における時間平均電力密度に等しいと見なし、次式から算出した。

$$p = \frac{\omega}{2} (\epsilon_r \|E\|^2 + \mu_r \|H\|^2)$$

その結果を Fig.4 に示す。シミュレーションによって算出した発熱量は電気伝導率の変化傾向と非常に類似していることがわかる。以上の結果より、粉体層充填率が変化することで、発熱量が変化し、平衡温度が変化したために ITO 生成反応の進行に差異が生じたと考えられる。

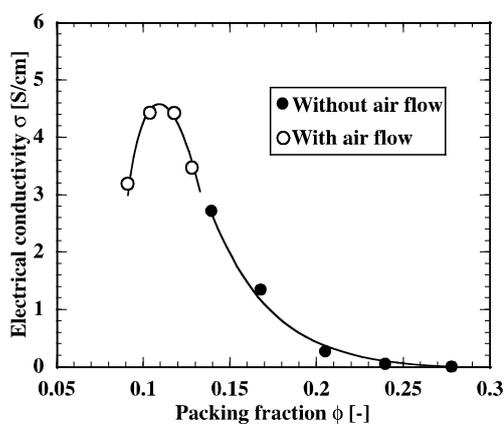


Fig.3 Relationship between packing fraction and electrical conductivity

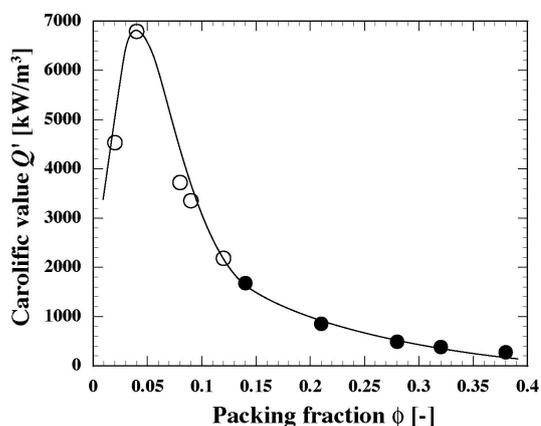


Fig.4 Relationship between packing fraction and carolific value

【結言】

- ・粉体層の充填率を低下させると生成粉体の電気伝導性は増加し、最大値を得た後に減少する。
- ・粉体層の充填率を低下させるとマイクロ波照射時の生成粉体の発熱量は増加し、最大値を得た後に減少する。

Kunihiro Fukui : kfukui@hiroshima-u.ac.jp